

SKRIPSI

EKO LESTARI

SINTESIS 2-ETILHEKSIL *p*-METOKSISINAMAT DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT MELALUI SENYAWA ANTARA *p*-METOKSISINAMOIL KLORIDA



MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
BAGIAN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2003

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS 2-ETILHEKSIL *p*-METOKSISINAMAT
DARI ASAM *p*-METOKSISINAMAT MELALUI
SENYAWA ANTARA *p*-METOKSISINAMOIL
KLORIDA**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi pada
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga

2003

Oleh :


EKO LESTARI

059912195



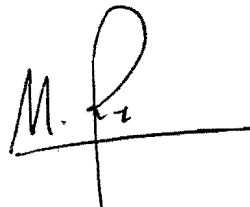
Disetujui Oleh :

Pembimbing Utama

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'H. Wibowo'.

Drs. Heru Wibowo, MS, Apt.
NIP. 130 809 083

Pembimbing Serta :

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'M. Marcellino Rudyanto'.

Drs. Marcellino Rudyanto, MS, PhD
NIP. 132 011 702

RINGKASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis ester 2-etilheksil *p*-metoksisinamat melalui pembentukan senyawa antara *p*-metoksisinamoil klorida.

Penelitian ini terdiri dari dua tahap, yaitu pembentukan *p*-metoksisinamoil klorida dari asam *p*-metoksisinamat yang direaksikan dengan tionil klorida dalam media benzena dan alkoholisis *p*-metoksisinamoil klorida dengan 2-etilheksanol untuk menjadi 2-etilheksil *p*-metoksisinamat. Senyawa kemudian dimurnikan secara kromatografi kolom dengan menggunakan eluen kloroform-heksana (3:1). Berdasarkan hasil data kromatografi lapis tipis yang menghasilkan satu noda berwarna ungu dengan harga R_f yang sama dengan pustaka, maka diketahui bahwa senyawa hasil sintesis murni secara kromatografi. Hasil yang didapatkan adalah sebesar 35,83% dari perhitungan secara teoritis.

Identifikasi spektroskopi senyawa hasil sintesis dilakukan dengan spektrofotometri ultra violet yang memberikan serapan pada panjang gelombang maksimum 226 nm dan 310 nm. Adanya serapan pada kedua panjang gelombang tersebut merupakan ciri khas ikatan rangkap terkonjugasi dengan karbonil atau disebut sebagai sinamoil.

Pada spektrum infra merah dihasilkan bilangan gelombang sebesar $1712,94\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C=O ester, $1168,97\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-O ester dan $1253,84\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-O terikat aromatis. Dari data spektrum infra merah ini dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan suatu ester yang mempunyai cincin aromatis dan tersubstitusi pada posisi para serta memiliki gugus eter yang terikat pada inti aromatis.

Identifikasi dengan spektrometer massa menunjukkan berat molekul senyawa 290. Dari spektrum ini didapatkan juga data puncak dasar pada bilangan m/z 178 yang merupakan hasil ionisasi dari ion molekul induk yang kehilangan gugus $-C_8H_{16}$, dan fragmen-fragmen lainnya pada bilangan m/z 191, 161, 147, 133, 77.

Spektrum ^1H NMR menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 7,63 ppm dan 6,30 ppm dengan $J=16,0$ Hz yang menunjukkan lingkungan proton vinil, pada 7,47 ppm dan 6,89 ppm dengan $J=8,6$ Hz yang menunjukkan lingkungan proton aril, dan singlet pada 3,82 ppm yang menunjukkan lingkungan proton metoksi. Senyawa 2-etilheksil *p*-metoksisinamat merupakan senyawa *trans*-, hal ini ditunjukkan oleh besarnya konstanta kopling proton-proton vinil yaitu dengan harga $J=16,0$ Hz.

Berdasarkan data yang diperoleh dari senyawa hasil sintesis yang dibandingkan dengan pustaka diketahui bahwa senyawa yang dihasilkan adalah merupakan 2-etilheksil *p*-metoksisinamat.

Kesimpulannya adalah bahwa senyawa 2-etilheksil *p*-metoksisinamat dapat disintesis dengan melalui jalur asil klorida dengan persentase hasil sebesar 35, 83%.



ABSTRACT

In this study, the synthesis of 2-ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate has been done through formation of trans-4-methoxycinnamoyl chloride as intermediate compound.

This study consist of two steps, the first is trans-4-methoxycinnamoyl chloride formation from trans-4-methoxycinnamic acid which was reacted with thionyl chloride and the second is alcoholysis of trans-4-methoxycinnamoyl chloride by 2-ethyl-1-hexanol to form 2-ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate. The compound formed was purified by column chromatography. According to the chromatographic data, it is known that compound resulted was pure chromatographically.

Spectroscopic identifications of the compound were done by ultraviolet spectrophotometry which showed maximum wavelength of absorption in 226 nm and 310 nm. The infra red spectrum showed that there were absorption in the wavelength numbers of 1712.94 cm^{-1} for ester C=O group, 1168.97 cm^{-1} for C-O group and 1253.84 cm^{-1} for the aromatically bounded group. Identification with mass spectrometer showed that its molecular weight is 290. ^1H NMR spectrum showed that there were chemical shifts in 7.63 ppm and 6.30 ppm with $J=16.0\text{ Hz}$ which showed the environment of vinyl protons, in 7.47 ppm and 6.89 ppm with $j=8.6\text{ Hz}$ which showed the environment of aryl protons, in 3.82 ppm which showed the environment of methoxy protons.

Based on the identification data of the compound resulted by synthesis compared to the literatures, it is showed that the resulted compound was 2-ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate. It is concluded that 2-ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate compound could be synthesized through acyl chloride route and that the yield was 35.83%.

Keywords: 2-ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate, trans-4-methoxycinnamoyl chloride, acyl chloride, ultraviolet spectrophotometry, infra red spectrophotometry, mass spectrometry, ^1H NMR spectroscopy.